

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年12月27日

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-399199

[ST.10/C]:

[JP2000-399199]

出 願 人
Applicant(s):

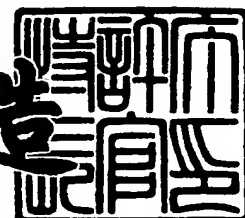
独立行政法人産業技術総合研究所
株式会社ノリタケカンパニーリミテド
村山 宣光
申 ウソク

RECEIVED
FEB 28 2002
TC 1700

2002年 2月 5日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2002-3004865

【書類名】 特許願

【整理番号】 P001009

【あて先】 特許庁長官殿

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県尾張旭市桜ヶ丘町一丁目 1 8 2 番地

 【氏名】 村山 宣光

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県名古屋市昭和区楽園町 9 0 番地の 1 ケーエムハ
イツ 2 0 6 号

 【氏名】 申 ウソク

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県名古屋市西区則武新町三丁目 1 番 3 6 号 株式会
社ノリタケカンパニーリミテド内

 【氏名】 左合 澄人

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県名古屋市西区則武新町三丁目 1 番 3 6 号 株式会
社ノリタケカンパニーリミテド内

 【氏名】 林 真紀子

【特許出願人】

 【持分】 050/200

 【識別番号】 000001144

 【氏名又は名称】 工業技術院長 梶村 皓二

【特許出願人】

 【持分】 100/200

 【識別番号】 000004293

 【氏名又は名称】 株式会社ノリタケカンパニーリミテド

【特許出願人】

 【持分】 025/200

 【住所又は居所】 愛知県尾張旭市桜ヶ丘町一丁目 1 8 2 番地

【氏名又は名称】 村山 宣光

【特許出願人】

【持分】 025/200

【住所又は居所】 愛知県名古屋市昭和区楽園町 9 0 番地の 1 ケーエムハ
イツ 2 0 6 号

【氏名又は名称】 申 ウソク

【指定代理人】

【識別番号】 220000334

【氏名又は名称】 工業技術院名古屋工業技術研究所長 榎本 祐嗣

【代理関係の特記事項】 特許出願人工業技術院長梶村皓二の指定代理人

【代理人】

【識別番号】 100085361

【弁理士】

【氏名又は名称】 池田 治幸

【代理関係の特記事項】 特許出願人株式会社ノリタケカンパニーリミテド
、村山宣光、申ウソクの代理人

【復代理人】

【識別番号】 100085361

【弁理士】

【氏名又は名称】 池田 治幸

【代理関係の特記事項】 特許出願人工業技術院長梶村皓二の復代理人

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 007331

【納付金額】 15,750円

【その他】 国以外のすべての者の持分の割合 7 5 / 1 0 0

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9712183

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 金属酸化物微粒子の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 所定の金属の塩化物を溶媒に溶解して金属溶液を作製する溶解工程と、その金属溶液にアルカリ水溶液を添加することによりその所定の金属の水酸化物微粒子を析出させる析出工程とを含み、その金属の酸化物微粒子を製造する方法であって、

前記金属水酸化物が析出した溶液からその金属水酸化物を回収する水酸化物回収工程と、

その金属水酸化物にカーボン微粒子を混合するカーボン混合工程と、

その混合物を非還元雰囲気中において所定温度で熱処理することにより金属酸化物微粒子を得る熱処理工程と

を、含むことを特徴とする金属酸化物微粒子の製造方法。

【請求項 2】 前記カーボン微粒子は、前記金属水酸化物に対して質量比で 1.5(%)以上の割合で混合されるものである請求項 1 の金属酸化物微粒子の製造方法。

【請求項 3】 前記所定の金属は、錫、亜鉛、インジウム、アルミニウム、セリウム、マグネシウム、およびチタンのうちから選択された一乃至複数の金属である請求項 1 の金属酸化物微粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ナノスケールの微細な粒子径を備えた金属酸化物微粒子を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

例えば、電子セラミックスの分野では、その原料の微細化を図ることが望まれている。例えば、ガス・センサにおいては、原料粒子径を数十(nm)レベルに微細化して結晶粒径を小さくすることにより感度を高め或いは作動可能温度を低下することが期待されている。また、結晶粒界の性質を利用したバリスタやサーミス

タ等の電子セラミックスでは、緻密に焼結させ且つ結晶粒を微細化させるほどその粒界が増大して特性が向上する。また、これらの電子セラミックスの他にも、金属酸化物の結晶粒を微細化することにより量子効果が発現することに着目し、これを利用した新機能性セラミック材料等への応用が期待されている。これらの効果は、金属酸化物焼結体の結晶粒径を小さくするほど顕著となるため、その結晶粒径を例えばナノスケールまで微細化すること、すなわちナノ結晶粒により金属酸化物焼結体を構成することが望まれる。また、金属酸化物は砥材としても用いられるが、砥石においても結晶粒径が微細であるほど、すなわち砥粒が微粒であるほど切れ刃が立った状態が維持されるので有利である。更に、金属酸化物を遊離砥粒として用いる場合にも、仕上げ加工等のように被研磨面の品質を可及的に高めようとする場合には、粒子径が微細であるほど好ましい結果を得ることができる。なお、「ナノ結晶粒」とは100(nm)程度以下の結晶粒をいうものであり、そのようなナノ結晶粒が緻密に結合させられた焼結体をナノ結晶粒緻密焼結体という。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

従来、上記のような微粉末の製造方法としては、金属塩化物の水溶液中にアルカリ性水溶液を添加してその金属の水酸化物を析出させ、その析出物を乾燥し更に非還元雰囲気中で熱処理(仮焼)することにより金属酸化物粉末を得る無機塩化学プロセス等が知られている。例えば、The Stanic oxide Gas Sensor, CRC Press(1994年刊)11~47頁等に記載されている製造方法がそれであり、ガスセンサ用の酸化錫粉体を得る場合には、例えば出発原料に四塩化錫(SnCl_4)が、アルカリ性水溶液にアンモニア水がそれぞれ用いられる。図1に、酸化錫の場合の工程の一例を示す。しかしながら、この合成方法では、nmレベルの粒径を備えた水酸化物が析出するにも拘わらず、乾燥すると凝集して塊状の乾燥体となり、仮焼によってnmレベルの一次粒子が強固に結合させられた粗大粒子(二次粒子)になる。そのため、乾燥および仮焼の後にそれぞれ生成物を粉碎しても、機械的な粉碎方法で得られる二次粒子粒径は数(μm)程度以上であると共に、粉碎時に不純物が混入することから高純度の粉末が得られない問題がある。

【 0 0 0 4 】

そこで、一層微細且つ高純度の金属酸化物粉末を得ることを目的として、種々の方法が提案されている。例えば、特開平 7 - 1 8 7 6 6 8 号公報等に記載されているような金属の化合物(例えば硝酸塩やオキシ硝酸塩)と黒鉛炭素変性物とを反応させて生成した黒鉛層間化合物を酸化する方法、アルコキシド原料の加水分解によるアルコキシド法、或いは J. Aerosol Sci., 24(1993年刊)315~338頁等に記載されているような金属を真空中で蒸発・堆積させた後、酸化処理を施すガス中蒸発法等がそれである。しかしながら、黒鉛炭素変性物を用いる方法では、対象となる金属が黒鉛層間化合物を生成し得るものに限られ且つその黒鉛層間化合物の生成に長時間を必要とすることから量産性に劣る。また、アルコキシド法では原料が高価であるため大量生産に適さない。また、ガス中蒸発法も合成速度が極めて遅く量産性に劣る。

【 0 0 0 5 】

すなわち、従来の合成方法では微細な金属酸化物微粉末を量産することができなかった。そのため、そのような微粉末を要求する用途への応用や、粒径が数十(nm)程度以下の極めて微細な結晶を備えた焼結体を量産することが困難となっていた。

【 0 0 0 6 】

本発明は、以上の事情を背景として為されたものであって、その目的は、nmオーダーの微細な粒子径を備えた金属酸化物微粒子を量産し得る製造方法を提供することにある。

【 0 0 0 7 】

【課題を解決するための手段】

斯かる目的を達成するため、本発明の要旨とするところは、所定の金属の塩化物を溶媒に溶解して金属溶液を作製する溶解工程と、その金属溶液にアルカリ水溶液を添加することによりその所定の金属の水酸化物微粒子を析出させる析出工程とを含み、その金属の酸化物微粒子を製造する方法であって、(a)前記金属水酸化物が析出した溶液からその金属水酸化物を回収する水酸化物回収工程と、(b)その金属水酸化物にカーボン微粒子を混合するカーボン混合工程と、(c)その混

合物を非還元雰囲気中において所定温度で熱処理することにより金属酸化物微粒子を得る熱処理工程とを、含むことにある。

【0008】

【発明の効果】

このようにすれば、析出工程において析出させられ且つ水酸化物回収工程において回収された金属水酸化物は、カーボン混合工程においてカーボン微粒子と混合された後、熱処理工程において非還元雰囲気中で熱処理を施されることにより金属酸化物微粒子に変化させられる。そのため、前述した無機塩化学プロセスを用いた金属酸化物微粒子の合成において、乾燥工程および仮焼工程等の加熱処理に先立ってカーボン微粒子が混合されることから、金属水酸化物微粒子が相互に結合させられて粗大な二次粒子を構成することがそのカーボン微粒子によって好適に抑制される。したがって、析出させられた金属水酸化物の粒子径に由来するナノスケールの金属酸化物微粒子が得られる。しかも、従来に比較して工程が特に複雑化することも無く且つ特殊な原料や設備も必要とせず、簡便な水系合成プロセスで微粉末が得られることから、量産性に優れ且つ低コストで更に環境負荷が低い利点がある。上記により、nmオーダの微細な粒子径を備えた金属酸化物微粒子を量産することが可能となる。

【0009】

上記のようにカーボン微粒子の混合により金属水酸化物微粒子相互の結合が抑制され延いては微細な粉末が得られるのは、以下の理由によるものと考えられる。すなわち、従来において粉末合成のために施されていた熱処理では、前述したように一次粒子が相互に結合させられて粗大になることから、その一次粒子がナノスケールの微粒子であっても粗大な二次粒子しか得られなかった。しかしながら、金属水酸化物にカーボン微粒子が混合されると、そのカーボン微粒子は熱処理工程において加熱されることにより酸化させられて、水酸化物の塊の中で二酸化炭素にガス化して高圧力を発生させる。そのため、その圧力で乾燥状態の二次粒子が数十(nm)レベルの一次粒子に粉碎され、そのまま酸化されて金属酸化物微粒子に生成されるのである。なお、カーボン微粒子はこのようにガス化して焼失させられるため、添加されたカーボン微粒子が金属酸化物微粒子中に残留し、そ

の純度を低下させることはない。

【0010】

【発明の他の態様】

ここで、好適には、前記カーボン微粒子は、前記金属水酸化物に対して質量比で1.5(%)以上の割合で混合されるものである。このようにすれば、金属水酸化物に対するカーボン微粒子の混合割合が適度な範囲に設定されていることから、金属水酸化物の塊が一層確実に一次粒子に分解される。なお、塊を個々の一次粒子に分解するために必要な量以上にカーボン微粒子を過剰に混合した場合には、その過剰量のカーボン微粒子が無駄に消費されることにはなるが、適量が混合された場合と同様に、nmオーダーの微細な粒子径を備えた金属酸化物微粒子を得ることができる。すなわち、カーボン微粒子の混合割合は、塊に含まれる金属水酸化物の全量を一次粒子に分解するために十分な割合であれば、その上限は特に限定されない。

【0011】

また、好適には、前記所定の金属は、錫、亜鉛、インジウム、アルミニウム、セリウム、マグネシウム、およびチタンのうちから選択された一乃至複数の金属である。これらの金属は、その水酸化物が水に不溶であることから、その塩化物を出発原料として容易に酸化物を合成することができる。また、これらのうち、錫、亜鉛、およびインジウム等の酸化物は導電性材料であることから導電性を要求される部品の高性能化、低コスト化を可能とすると共に量産性を高め、アルミニウム、セリウム、マグネシア、およびチタン等の酸化物は絶縁体材料であってしかも砥材としても用いられるものであることから、そのような用途における高性能化や量産性等を高め得る。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明の金属酸化物微粒子の製造方法は、溶解工程と、析出工程と、水酸化物回収工程と、カーボン混合工程と、熱処理工程とから成る。本発明の適用対象となる金属材料或いはそれに類するものは、溶解工程に用いられる溶媒に不溶或いは難溶な水酸化物を形成し得るものであれば、特に限定されない。前述した金属

材料の他、スピネルやペロブスカイト等にも適用することができる。また、金属酸化物微粒子の用途は、例えば、電子セラミックス用原料、新機能性材料原料、および砥材或いは砥石用原料等が挙げられるが、これらの他、種々の用途に用いられる金属酸化物微粒子の製造方法にも本発明は適用される。

【 0 0 1 3 】

溶解工程に用いられる金属塩化物は、目的生成物である金属酸化物微粒子を構成する金属の適宜の塩化物である。例えば、酸化錫(SnO_2)を製造する場合には四塩化錫(SnCl_4)等が、酸化亜鉛(ZnO)を製造する場合には、塩化亜鉛(ZnCl_2)が、酸化アルミニウム(Al_2O_3)を製造する場合には、塩化アルミニウム(AlCl_3)等が好適に用いられる。また、溶解工程において金属塩化物が溶解させられる溶媒は、例えば蒸留水であるが、水溶性のアルコール等を混合しても差し支えない。溶媒と金属塩化物との混合割合すなわち金属溶液の濃度は、所望とする金属水酸化物の粒径等に応じて、予備実験等に基づいて適宜定められる。

【 0 0 1 4 】

また、析出工程において金属溶液から金属水酸化物を析出させるためにこれに添加されるアルカリ水溶液としては、例えば、アンモニア水等が好適に用いられる。但し、アルカリ水溶液は、金属溶液を金属の種類毎に定められる水酸化物の析出に好適な適宜のpH(水素イオン指数)のアルカリ性に変化させ得ると共に、金属水酸化物の析出および回収の妨げと成らないものであれば、水溶性アミン類等、適宜のものをを用い得る。上記のアンモニア水は、種々の金属材料に対して上記の条件を満たしており汎用性の高いものである。析出する金属水酸化物の粒径は、その金属の種類やアルカリ水溶液を添加した後のpHに影響されるため、そのアルカリ水溶液の濃度および添加量は、所望とする粒径に応じて適宜変更すべきものである。

【 0 0 1 5 】

また、金属水酸化物が析出した溶液からその金属水酸化物を回収する水酸化物回収工程は、溶液から金属水酸化物を選択的に回収し得るものであれば適宜の方法を採用し得る。例えば、水溶液の濾過工程および洗浄工程による方法が簡便である。これらの工程により、析出した金属水酸化物以外の成分、すなわち金属塩

化物から生じた塩素イオンおよびアルカリ水溶液から生じた陽イオンが除去され、目的生成物である金属水酸化物だけを回収することができる。また、遠心分離法を用いて金属水酸化物を回収することも可能である。

【0016】

また、カーボン混合工程において上記のようにして回収された金属水酸化物に混合されるカーボン微粒子は、例えば、一次粒子径が20~50(nm)程度で流動性に優れ、炭素の乱層黒鉛構造を備えた所謂粉状のカーボン・ブラックである。このようなカーボン・ブラックは、水中分散性が良好で、CO₂に酸化し易い、すなわち燃え抜け易い利点がある。なお、カーボン微粒子は、粉状のものの方がこれを造粒した粒状のものよりも分散性の点で好ましい。

【0017】

そして、熱処理工程では、通常、金属水酸化物とカーボン微粒子との混合物を金属水酸化物の塊に残留していた水分が十分に除去される程度に乾燥し、更に、還元雰囲気中において、水酸化物から酸化物が生成する所定温度で焼成処理(結晶化)する。このとき、乾燥温度および焼成温度は、金属の種類や金属水酸化物の粒径等に応じて、確実に酸化物が生成し、且つ結晶成長がそれほど進まない範囲で適宜選ばれる。例えば、酸化錫焼結体を得る場合には、乾燥温度が例えば50~200(℃)程度、焼成温度が例えば500~1000(℃)程度に設定される。なお、非還元雰囲気としては、例えば、酸化雰囲気その他、大気雰囲気等が挙げられる。

【0018】

【実施例】

以下、本発明の一実施例を図面を参照して詳細に説明する。

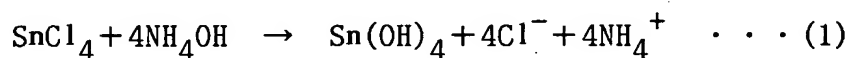
【0019】

図2は、四塩化錫を出発原料として酸化錫微粒子を製造する場合の工程流れ図の一例である。図において、溶解工程10においては、四塩化錫、例えば四塩化錫5水和物18(g)に蒸留水500(ml)を加え、十分に攪拌することにより溶解して四塩化錫水溶液を作製する。この場合、四塩化錫水溶液の濃度は、2.6(%)程度になる。この水溶液中において、四塩化錫は錫イオンSn⁴⁺およびCl⁻にイオン化しており、本実施例においては、このような出発原料がイオン化した水溶液の状態か

ら合成が開始する。次いで、攪拌工程 1 2 においては、その水溶液を攪拌しつつ、例えば 25(%) アンモニア水を 20(ml) 滴下する。これにより、下記の反応式(1)に示される反応により、水酸化錫($\text{Sn}(\text{OH})_4$)が白色沈殿となって析出する。本実施例においては、この攪拌工程 1 2 が析出工程に対応する。なお、析出した水酸化錫は、平均粒径が数(nm)程度のナノ粒子である。また、このとき、水溶液中には塩素イオン Cl^- およびアンモニウム・イオン NH_4^+ が存在している。

【0020】

[化 1]



【0021】

続く濾過工程 1 4 および洗浄工程 1 6 においては、白色沈殿が析出した水溶液の濾過および蒸留水による沈殿物の洗浄を複数回(例えば 3 回程度)繰り返すことにより、水酸化錫を回収する。すなわち、沈殿物からアンモニウム・イオンや塩化物イオン等の不純物を除去する。本実施例においては、これら濾過工程 1 4 および洗浄工程 1 6 が水酸化物回収工程に対応する。このようにして回収された沈殿物は、僅かに流動性を有する微細な水酸化錫粒子(無機塩)の塊であり、酸化錫に換算して例えば 5(%) 程度の濃度で錫を含む。

【0022】

続く混合工程 1 8 においては、上記の水酸化錫粒子の塊 6(g) にカーボン・ブラックを 1(g) の割合、すなわち質量比で水酸化錫の塊 100(%) に対して 17(%) 程度の割合で混合する。これらの割合は、体積比では水酸化錫(100vol%) に対してカーボン微粒子が 100(vol%) 程度である。このカーボン・ブラックと水酸化錫との混合は、例えばミキサ、ローラ、乳鉢等適宜の方法で行うことができる。

【0023】

続く乾燥工程 2 0 においては、上記のようにカーボン・ブラックを混合した塊を、大気雰囲気中において、内部に含まれる水分が十分に除去できる程度の温度および時間、例えば 70(℃) 程度の温度で 18 時間程度乾燥する。なお、乾燥処理を施した後には、錫と酸素との緩やかな結合状態が生じ、X 線回折によって酸化錫のブロードなピークが認められる。

【 0 0 2 4 】

そして、仮焼工程 2 2 においては、上記の乾燥処理を施した塊を、大気雰囲気中すなわち非還元雰囲気において、水酸化錫粒子から酸化錫が生成されるような所定の温度および時間、例えば 600(℃)程度の温度で 2 時間程度の加熱処理を施す。これにより、その酸化錫が生成されると同時に、塊であった乾燥体が熱処理の過程で粒子単位に分解され、平均粒径で 50(nm)程度の単分散性の酸化錫粉末が得られる。本実施例においては、この仮焼工程 2 2 或いはこの工程と上記の乾燥工程 2 0 とが熱処理工程に対応する。

【 0 0 2 5 】

要するに、本実施例によれば、攪拌工程 1 2 において析出させられ且つ濾過工程 1 4 および洗浄工程 1 6 において回収された水酸化錫粒子は、カーボン混合工程 1 8 においてカーボン微粒子と混合された後、仮焼工程 2 2 において非還元雰囲気中で熱処理を施されることにより酸化錫微粒子に変化させられる。そのため、図 1 に示される従来の無機塩化学プロセスを用いた酸化錫微粒子の合成において、乾燥工程 2 0 および仮焼工程 2 2 等の加熱処理に先立ってカーボン微粒子が混合されることから、水酸化錫微粒子が相互に結合させられて粗大な二次粒子を構成することがそのカーボン微粒子によって好適に抑制される。したがって、析出させられた水酸化錫の粒子径に由来するナノスケールの酸化錫微粒子が得られる。しかも、従来に比較して特に工程が複雑化することも無く且つ特殊な原料や設備も必要とせず、簡便な水系合成プロセスで微粉末が得られることから、量産性に優れ且つ低コストで更に環境負荷が低い利点がある。

【 0 0 2 6 】

そのため、このようにして製造された酸化錫微粉末は、ガス・センサ、バリスタやサーミスタ等の電子セラミックス、或いは量子効果を利用した新機能性セラミックス等に好適に用いることができる。

【 0 0 2 7 】

ここで、下記の表 1 は、前述の実施例の効果を確かめるため、カーボン微粒子の混合量を変化させて生成される酸化錫微粒子の性状を評価した結果を示したものである。酸化錫の合成方法は、混合するカーボン量が異なる他は全て前述の実

施例と同様であり、洗浄後の水酸化錫の塊6(g)に対して下記の量のカーボン微粒子を添加した。なお、No.3は前述の実施例を併せて掲載したものである。下記の実験データから、カーボン微粒子を添加することで生成される酸化錫粉末の粒径を小さくできることが明らかである。但し、カーボン微粒子の添加量が0.1(g)程度、すなわち水酸化錫100(%)に対して質量比で1.5(%)程度、体積比で10(vol%)程度では、仮焼中における酸化錫粒子の粗大化を十分に抑制できない。したがって、カーボン微粒子の添加量は、1.5(%)以上、すなわち10(vol%)以上が好ましいといえる。

【0028】

〔表1〕

No.	カーボン(g)	結果
1(比較例)	0	多結晶体の塊
2(比較例)	0.1	小さな多結晶体の塊
3(実施例)	1.0	微粒子

【0029】

なお、上記の比較例No.2において小さな多結晶体の塊が生成されたのは、カーボン量が不足していることから、混合工程において十分に分散させることができず偏在したためと考えられる。また、カーボン微粒子の酸化によって発生する二酸化炭素ガスの発生量延いてはそれにより生ずる圧力が低いため、塊が十分に粉碎できなかったものと推察される。したがって、乾燥状態における粒子相互の結合力が小さくなるような乾燥条件であれば、この程度の添加量でも十分に微細な酸化錫粉末を得ることができる。したがって、混合方法を工夫して分散性を高めれば、1.0(g)程度の添加量の場合と同様な効果が期待できる。

【0030】

以上、本発明を図面を参照して詳細に説明したが、本発明は更に別の態様でも実施できる。

【0031】

例えば、実施例においては、電子セラミックス等に好適な酸化錫末の製造方法に本発明が適用されていたが、本発明は種々の金属酸化物或いはそれに類するも

のの微粉末の製造方法に適用し得るので、原料粒子径延いては結晶粒径を微細化することにより性能向上が期待できる種々の用途の微粉末の製造方法にも同様に適用される。例えば砥粒に用いられる金属酸化物等の製造方法に本発明を適用した場合には、研削砥石に好適な金属酸化物粉末を得ることができる。

【 0 0 3 2 】

また、実施例においては、カーボン微粒子に粉状のものをを用いていたが、その形状や物性は、金属酸化物の種類に応じて、所望の粒径の粉末が得られるように適宜変更される。例えば、粒状のカーボンを用いることもできる。

【 0 0 3 3 】

その他、一々例示はしないが、本発明は、その主旨を逸脱しない範囲で種々変更を加え得るものである。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

従来の酸化錫粉末の合成方法を説明する工程図である。

【図 2】

本発明の一実施例の酸化錫粉末の製造方法を説明する工程図である。

【符号の説明】

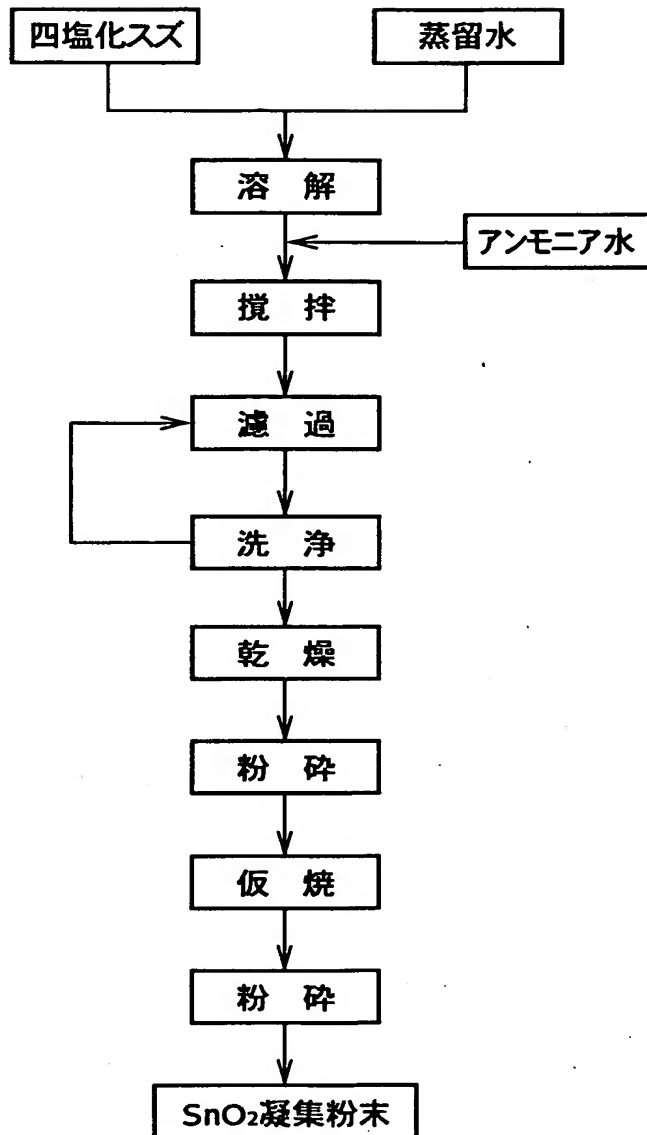
{ 1 4 濾過工程、 1 6 洗浄工程 } (水酸化物回収工程)

1 8 混合工程

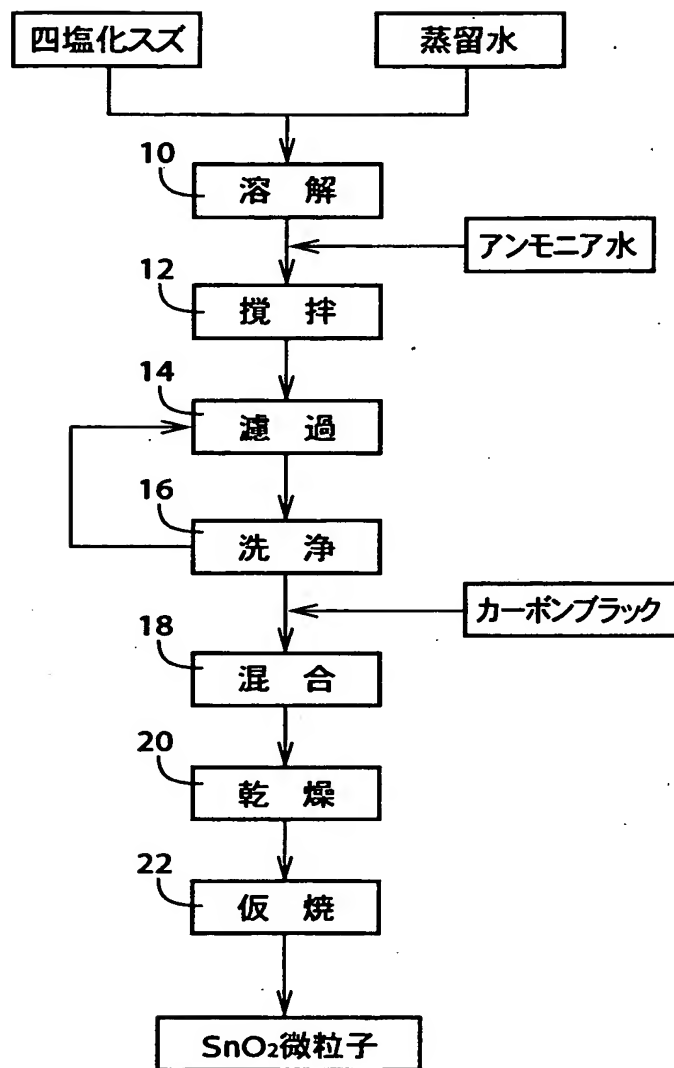
{ 2 0 乾燥工程、 2 2 仮焼工程 } (熱処理工程)

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 nmオーダーの微細な粒子径を備えた金属酸化物微粒子を量産し得る製造方法を提供する。

【解決手段】 攪拌工程 1 2 において析出させられ且つ濾過工程 1 4 および洗浄工程 1 6 において回収された水酸化錫粒子は、カーボン混合工程 1 8 においてカーボン微粒子と混合された後、仮焼工程 2 2 において非還元雰囲気中で熱処理を施されることにより酸化錫微粒子に変化させられる。そのため、従来の無機塩化学プロセスを用いた酸化錫微粒子の合成において、乾燥工程 2 0 および仮焼工程 2 2 等の加熱処理に先立ってカーボン微粒子が混合されることから、水酸化錫微粒子が相互に結合させられて粗大な二次粒子を構成することがそのカーボン微粒子によって好適に抑制される。したがって、析出させられた水酸化錫の粒子径に由来するナノスケールの酸化錫微粒子が得られる。

【選択図】 図 2

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2000-399199
受付番号	50001695999
書類名	特許願
担当官	佐藤 一博 1909
作成日	平成13年 2月13日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年12月27日
【特許出願人】	
【識別番号】	000001144
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関1丁目3番1号
【氏名又は名称】	工業技術院長
【特許出願人】	
【識別番号】	000004293
【住所又は居所】	愛知県名古屋市西区則武新町3丁目1番36号
【氏名又は名称】	株式会社ノリタケカンパニーリミテド
【特許出願人】	
【識別番号】	501002334
【住所又は居所】	愛知県尾張旭市桜ヶ丘町一丁目182番地
【氏名又は名称】	村山 宣光
【特許出願人】	
【識別番号】	501002345
【住所又は居所】	愛知県名古屋市昭和区楽園町90番地の1 ケー エムハイツ206号
【氏名又は名称】	申 ウソク
【指定代理人】	
【識別番号】	220000334
【住所又は居所】	愛知県名古屋市北区平手町1-1
【氏名又は名称】	工業技術院名古屋工業技術研究所長
【代理人】	申請人
【識別番号】	100085361
【住所又は居所】	愛知県名古屋市中村区名駅3丁目15番1号 名 古屋ダイヤビル 池田国際特許事務所
【氏名又は名称】	池田 治幸
【復代理人】	申請人

次頁有

認定・付加情報（続き）

【識別番号】	100085361
【住所又は居所】	愛知県名古屋市中村区名駅3丁目15番1号 名 古屋ダイヤビル 池田国際特許事務所
【氏名又は名称】	池田 治幸

次頁無

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）

【提出日】 平成13年 1月18日

【あて先】 特許庁長官 殿

【事件の表示】

 【出願番号】 特願2000-399199

【承継人】

 【識別番号】 301000011

 【住所又は居所】 東京都千代田区霞が関1-3-1

 【氏名又は名称】 経済産業省産業技術総合研究所長 日下 一正

 【連絡先】 部署名 経済産業省産業技術総合研究所
 名古屋工業技術研究所業務課
 担当者 中田正人 電話番
 号 052-911-2117

【提出物件の目録】

 【物件名】 権利の承継を証明する書面 1

 【援用の表示】 平成5年特許願第219270号

【プルーフの要否】 要

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2000-399199
受付番号	50100064943
書類名	出願人名義変更届（一般承継）
担当官	佐藤 一博 1909
作成日	平成13年 2月14日

<認定情報・付加情報>

【承継人】	申請人
【識別番号】	301000011
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関1丁目3番1号
【氏名又は名称】	経済産業省産業技術総合研究所長

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）
【提出日】 平成13年 9月21日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
 【出願番号】 特願2000-399199
【承継人】
 【識別番号】 301021533
 【住所又は居所】 東京都千代田区霞が関1-3-1
 【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所
 【代表者】 理事長 吉川 弘之
 【連絡先】 部署名 独立行政法人産業技術総合研究所
 産学官連携部門中部産学官連携センター
 担当者 中田正人
 電話番号 052-911-2117
【プルーフの要否】 要

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 1 1 4 4]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 9 月 2 0 日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区霞が関 1 丁目 3 番 1 号
氏 名	工業技術院長

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004293]

1. 変更年月日	1990年 8月29日
[変更理由]	新規登録
住 所	愛知県名古屋市西区則武新町3丁目1番36号
氏 名	株式会社ノリタケカンパニーリミテド

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [301000011]

1. 変更年月日	2001年 1月 4日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区霞が関1丁目3番1号
氏 名	経済産業省産業技術総合研究所長

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [501002334]

1. 変更年月日	2000年12月27日
[変更理由]	新規登録
住 所	愛知県尾張旭市桜ヶ丘町一丁目182番地
氏 名	村山 宣光

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [501002345]

1. 変更年月日 2000年12月27日

[変更理由] 新規登録

住 所 愛知県名古屋市昭和区楽園町90番地の1 ケーエムハイツ2
06号

氏 名 申 ウソク

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[301021533]

1. 変更年月日	2001年 4月 2日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区霞が関1-3-1
氏 名	独立行政法人産業技術総合研究所